

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-236349

(43)Date of publication of application : 13.09.1996

(51)Int.Cl.

H01F 10/14  
G11B 5/127  
G11B 5/23

(21)Application number : 07-063351

(71)Applicant : TDK CORP

(22)Date of filing : 27.02.1995

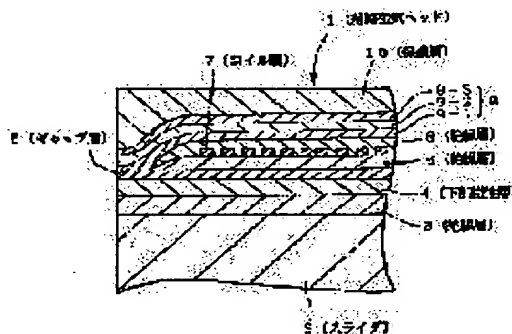
(72)Inventor : SHINOURA OSAMU  
NAKAGAWA YOSHIKI

## (54) SOFT MAGNETIC THIN FILM AND THIN FILM MAGNETIC DEVICE FORMED THEREOF

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a soft magnetic thin film which is kept low in coercive force even after it is subjected to a high-temperature thermal treatment by a method wherein the soft magnetic thin film is formed of Ni-Fe Which is prescribed in Ni content.

CONSTITUTION: A soft magnetic thin film is formed of Ni-Fe alloy, wherein the Ni content of the Ni-Fe alloy is set to 30 to 80wt%. The lower magnetic layer 4 and the first magnetic film 9-1 and the second magnetic film 9-2 of the upper magnetic layer 9 of a thin film magnetic head 1 are formed of the above soft magnetic thin film by electroplating. The coercive force of the soft magnetic thin film is kept lower than 10e even after the magnetic thin film is subjected to a thermal treatment which is carried out at a temperatures of 350° C or above. By this setup, the lower magnetic layer 4 and the upper magnetic layer 9 previously provided are kept lower in coercive force than 10e and higher in permeability than 1000 even after the layers are subjected to annealing carried out at a high temperature, so that a thin film magnetic head of high characteristics can be obtained.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**


---

[Claim(s)]

[Claim 1] With a nickel-Fe alloy, the coercive force after membrane formation is 1 Oe. The coercive force after receiving heat treatment at the temperature which sets up the content of nickel to 30 - 80wt%, and exceeds 350 degrees C after membrane formation in the soft-magnetism thin film formed by the following soft magnetic materials is 1 Oe. Soft-magnetism thin film which maintains the following.

[Claim 2] The coercive force after setting the content of nickel as more than 70wt% and less than [ 80wt% ] and receiving heat treatment of 350 \*\* -520 degree C after membrane formation is 1 Oe. Soft-magnetism thin film of the claim 1 which maintains the following.

[Claim 3] The soft-magnetism thin film of the claims 1 or 2 to which the permeability  $\mu$  after receiving heat treatment maintains 1000 or more.

[Claim 4] The claim 1 which are  $0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$  when peak intensity of the field in an X diffraction (200) and peak intensity of a face-centered cubic (111) side are set to  $I(200)$  and  $I(111)$ , respectively, mainly including a face-centered cubic phase, or one soft-magnetism thin film of 3.

[Claim 5] the mean particle diameter [that for which it asked from the half-value width of 2theta of the diffraction (111) line of an X diffraction] of the grain after receiving heat treatment -- 120-370A it is -- a claim 1 or one soft-magnetism thin film of 4

[Claim 6] The claim 1 formed by electroplating, or one soft-magnetism thin film of 5.

[Claim 7] The thin film MAG device which was equipped with the claim 1 or one soft-magnetism thin film of 6, and received heat treatment at the temperature which exceeds 350 degrees C once [ at least ] in the manufacturing process.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to a soft-magnetism thin film and the thin film MAG device which used it.

[0002]

[Description of the Prior Art] The soft magnetic characteristics which were [ saturation magnetic flux density / high / low coercive force, ] excellent are required of the magnetic thin film of the thin film magnetic head or a thin film transformer.

[0003] Although it is common to be formed by the liquid phase forming-membranes methods, such as the gaseous-phase forming-membranes methods, the galvanizing methods, etc., such as a spatter, as for these magnetic thin films, membrane formation of a large area is easy, and moreover a homogeneous high film is obtained, and the galvanizing method, especially electroplating have the advantage that there are few processes and a facility is cheap.

[0004] Since it is such, the electrodeposited permalloy (nickel-Fe alloy) film is widely used as a thin-film-head magnetic pole material now.

[0005] A permalloy is the general term of the soft magnetic materials of a NiFe alloy, and a respectively characteristic material is known for latus composition of PC (77-81%nickel-Fe), PB (40-50%nickel-Fe), PE (50%nickel-Fe), PD (36%nickel-Fe), etc. in JIS. Moreover, there is also a 36% nickel-Fe alloy of low-fever expansion coefficients known as an Invar.

[0006] The permalloy thin film by the electrodeposition process is widely examined as a soft-magnetism thin film of the thin film magnetic head or a thin film transformer. This permalloy electrodeposited film is about 80%nickel-Fe alloy film. The permalloy thin film by the electrodeposition process has the soft magnetic characteristics which were excellent, without performing special heat treatment, forming membranes unlike bulk material. However, it was known widely that soft magnetic characteristics will be lost by thermal resistance being bad and heat 350 degrees C or more being added.

[0007] the paper which described the influence by heat treatment of the electrodeposited permalloy in IEEE Trans.Magn, Vol.27, No.6, and page4452 (1991) -- representation (Nominally) of a permalloy \*\*\*\*\* -- a 82wt% nickel-18wt% Fe alloy film is lifted, and the result is discussed In this case, coercive force is 5 Oe above 400 degrees C. Deteriorating rapidly is reported.

[0008] Moreover, J.Electronic Materials, Vol.2, No.2, and page161 (1973) Then according to the abstract and introduction of the paper beginning of a book, it is supposed that the influence by heat treatment was considered like the above-mentioned reference about the 80wt% nickel-20wt% Fe alloy film as a permalloy electrodeposited film which has soft magnetic characteristics. However, suppose that it is true composition of the permalloy alloy film used for the experiment 82wt% nickel-18wt% Fe in the text which described the detailed content. And it is reported that coercive force deteriorates rapidly too with heat treatment of 350 degrees C or more. That is, about the heat-resistant difference arising from composition of a permalloy electrodeposited film, it is not known at all, but there is no difference between a 80wt% nickel-20wt% Fe alloy film and a 82wt% nickel-18wt% Fe alloy film, and heat treatment of an elevated temperature [ film / permalloy / by the electrodeposition process ] shows that coercive force was considered to

deteriorate. However, in the case of the alloy film of 80wt% nickel-20wt% Fe, in the experiment which results in this invention, that there is thermal resistance made about 400 degrees C clear. [0009] There is a report that coercive force is low at permalloy composition and 30wt%-nickel composition to the Japan Institute of Metals spring lecture convention outline (1993) and 81 pages about the nickel-Fe alloy electrodeposited film of the larger range. However, the coercive force is 1 Oe. It does not correspond to the soft-magnetism film excellent in especially the above.

[0010] moreover, the Magnetics Society of Japan -- the coercive force immediately after membrane formation of wide range composition of a CoNiFe alloy electrodeposited film and the coercive force after 400-degree-C annealing are indicated by Vol.18 and page277 (1994) If the behavior of the alloy thin film near a NiFe alloy is seen, above 400 degrees C, it is 1 Oe. It is the above.

[0011] That is, about the heat-resistant property by composition of a nickel-Fe alloy soft-magnetism electrodeposited film, it is not known at all, and it shall not have been obtained by soft magnetic characteristics if heat treatment at the temperature which exceeds 350 degrees C like a permalloy electrodeposition soft-magnetism thin film is received.

[0012]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although it is low coercive force with the natural maximum essential property demanded of a soft-magnetism thin film, in the actual application as a thin film MAG device, a heat-resistant property becomes important. That is, it is a laminating with other materials, and in order to acquire the property of other materials, processing becomes indispensable at an elevated temperature. For example, 300 to 400 degrees C annealing is required, using a heat-curing photoresist as an insulating layer. Moreover, in composite with the soft-magnetism thin film by vacuum membrane formation, you have to perform substrate heating of 400 degrees C or more in many cases at the time of membrane formation. However, since the permalloy thin film by the electrodeposition process had been made low [ thermal resistance ], it was used only for a process which usually serves as the heat history 300 degrees C or less. However, for the highly efficient MAG device, the heat-resistant outstanding soft-magnetism electrodeposited film is demanded more.

[0013] Then, this invention is coercive force also with after [ low ] elevated-temperature heat treatment, especially 1 Oe. It aims at offering the soft-magnetism thin film which can realize outstanding soft magnetic characteristics called the following, and a thin film MAG device equipped with this soft-magnetism thin film.

[0014]

[Means for Solving the Problem] Such a purpose is attained by the composition of following the (1) - (7).

(1) With a nickel-Fe alloy, the coercive force after membrane formation is 1 Oe. The coercive force after receiving heat treatment at the temperature which sets up the content of nickel to 30 - 80wt%, and exceeds 350 degrees C after membrane formation in the soft-magnetism thin film formed by the following soft magnetic materials is 1 Oe. Soft-magnetism thin film which maintains the following.

(2) The coercive force after setting the content of nickel as more than 70wt% and less than [ 80wt% ] and receiving heat treatment of 350 \*\* -520 degree C after membrane formation is 1 Oe. Soft-magnetism thin film of the above (1) which maintains the following.

(3) The above (1) whose permeability  $\mu$  after receiving heat treatment maintains 1000 or more, or (2) soft-magnetism thin films.

(4) The above (1) which is  $0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$  when peak intensity of the field in an X diffraction (200) and peak intensity of a face-centered cubic (111) side are set to  $I(200)$  and  $I(111)$ , respectively, mainly including a face-centered cubic phase, or one soft-magnetism thin film of (3).

(5) the mean particle diameter [that for which it asked from the half-value width of 2theta of the diffraction (111) line of an X diffraction] of the grain after receiving heat treatment -- 120-370Å it is -- the above (1) or one soft-magnetism thin film of (4)

(6) The above (1) formed by electroplating, or one soft-magnetism thin film of (5).

(7) The thin film MAG device which was equipped with the above (1) or one soft-magnetism thin film of (6), and received heat treatment at the temperature which exceeds 350 degrees C once [ at least ] in the manufacturing process.

[0015]

[Function and Effect] As described above in this invention, magnetic properties do not deteriorate to 30 - 80wt% and hot heat treatment which exceeds 350 degrees C since the soft-magnetism thin film was especially constituted from a nickel-Fe alloy more than 70wt% and below 80wt%, but nickel content is 1 Oe. While maintaining the following low coercive force Hc, 1000 or more permeability mu is maintained.

[0016] Therefore, it can use conventionally as soft-magnetism thin films, such as a thin film MAG transformer which uses the thin film magnetic head and the polyimide system insulator layer of the MIG (metal in gap) type which receives heat treatment inevitably exceeding 350 degrees C after the impossible membrane formation of a soft-magnetism thin film.

[0017]

[Elements of the Invention] Hereafter, the concrete composition of this invention is explained in detail. The soft-magnetism thin film of this invention is formed with the nickel-Fe alloy, i.e., a permalloy. Generally this soft-magnetism thin film is the single phase of a face-centered cubic (fcc) phase.

[0018] the soft-magnetism thin film of this invention -- nickel content -- 30 - 80wt% -- especially -- more than 70wt% and less than [ 80wt% ] -- especially -- 79.9wt(s)% It is desirable that it is the following. It is 1 Oe, even if it receives heat treatment at the elevated temperature exceeding 350 degrees C, when nickel content is in the above-mentioned range. It is because the following coercive force (Hc) is maintainable. At this invention, they are 0.3 - 1 Oe, especially 0.3 - 0.6 Oe immediately after membrane formation after 0.3 - 1 Oe especially 0.3 - 0.6 Oe, and heat treatment. It has Hc. In addition, Hc is usually 60Hz in value.

[0019] Moreover, the soft-magnetism thin film of this invention is 1MHz after receiving the above-mentioned heat treatment so that a high reproduction output and a high conversion efficiency can be obtained when it uses for a thin film MAG device. It is desirable that permeability mu is generally 1000-5000 1000 or more.

[0020] It sets to the soft-magnetism thin film of this invention, and the mean particle diameter of the grain before heat treatment is 80-100A. At a grade, the mean particle diameter of the grain after heat treatment is 120-370A. It is desirable that it is a grade. In addition, this mean particle diameter is the value calculated based on the half-value width (full-width-at-half-maximum: Full width at half maximum) of 2theta of the diffraction (111) line of an X diffraction (XD). Direct observation according [ this value ] to a transmission electron microscope etc. may show a different value. for example, the particle size at the time of membrane formation of the alloy thin film of 81.9% of nickel composition -- the XD method -- 95A it is -- transmission-electron-microscope observation -- 60A about [ a grade and ] -- although I am doing one -- after 400-degree-C annealing of this sample -- 408A in the XD method receiving -- transmission-electron-microscope observation -- 3500A it is . However, in transmission-electron-microscope observation, it is very a time consuming work, and asking for the particle size of many samples is not practical. For this reason, in this invention, the estimate by the XD method was used as a particle size. When the mean particle diameter after heat treatment exceeds the above-mentioned value, coercive force (Hc) increases and there is an inclination for permeability mu to decrease. Moreover, it is Bs if too small. There is an inclination for Hc to deteriorate.

[0021] When the soft-magnetism thin film of this invention consists of single phase of a fcc phase and peak intensity of the fcc (200) side in an X diffraction chart and peak intensity of a fcc (111) side are set to I (200) and I (111), respectively, it is desirable that it is  $0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$ . Coercive force will become it large that it is  $I(200) / I(111) < 0.15$ . When this value exceeds 0.3, a crystal magnetic anisotropy may change and coercive force may deteriorate.

[0022] The saturation magnetic flux density (Bs) of the soft-magnetism thin film of this invention is 0.8-1.8T. It is desirable that it is a grade. This Bs It is the value measured by VSM. In addition, according to the experiment of the artificers of this invention, this saturation magnetic flux

density (Bs) was changeless before and behind heat treatment.

[0023] Therefore, the soft-magnetism thin film of this invention is very useful as a magnetic thin film for a thin film head or thin film transformers. Especially, effects, such as the improvement effect of the over-writing property of the MIG type magnetic head, are expectable.

[0024] As for the soft-magnetism thin film of this invention, it is desirable to produce with electroplating, such as a Watts-bath system, a chlorination bath system, a sulfamine bath system, and a sulfuric-acid bath system. Fe ion and nickel ion contain in the plating bath used at this time. As for each concentration of Fe ion and nickel ion, it is [ that what is necessary is just to choose suitably the concentration of Fe ion under plating bath, and nickel ion according to the film composition made into the purpose ] usually desirable to carry out to 0.01 mols/l. – the solubility limit respectively. If the concentration of each metal ion becomes low, a metaled deposit speed tends to fall and it is not practical. As for the source of supply of each ion of Fe and nickel, it is desirable to choose from water-soluble salts, such as a sulfate, a sulfamate, acetate, and a nitrate, and it is desirable to use a sulfate especially from a cheap thing. Moreover, Fe ion can also be supplied by being immersed during a plating bath, and carrying out the natural dissolution of the metal, or dissolving an anode plate by electrolysis.

[0025] It is desirable that it is desirable 2–10, and to set especially pH of a plating bath to 2–4, and they make the 10–80 degrees C especially of the degrees of bath temperature 20–45 degrees C. A good plating film can be obtained by making pH and temperature of a plating bath into the above-mentioned range. On the other hand, if pH becomes low, a metaled deposit speed will fall, and if pH becomes high, a work environment will become bad by generating of ammonia gas etc. Moreover, if the degree of bath temperature becomes low, a metaled deposit speed will fall, and the stability of a bath will not be acquired if the degree of bath temperature becomes high.

[0026] You may make an organic brightener contain during a plating bath. As an organic brightener, saccharin is desirable. It is desirable 0.5g [ l. ] /or more, then to carry out an addition in 1–6g/l. in consideration of consumption in use etc., although it is enough. In addition to this, you may make the component added to the usual electroplating baths, such as surfactants, such as a sodium lauryl sulfate, a boric acid, and an ammonium chloride, contain suitably during a plating bath. Moreover, you may add organic-acid ion, a reducing agent, a chelating agent, etc. as a stabilizing agent suitably. making it in addition, more desirable for trivalent Fe ion to exist during a bath rather on general conditions, since it not only does not produce precipitation, but an effect is in Hc fall when a stabilizer or chelating agents (complexing agent), such as a citric acid and a tartaric acid, are added, although trivalent Fe ion produces precipitation and is not desirable

[0027] In addition, you may remove the particle and hydroxide under plating bath by continuation filtering.

[0028] From a viewpoint of particle removal, insoluble TiPt and the ferrite electrode of an anode plate are desirable. However, since oxidation reaction occurs in an anode plate, it is desirable to dissociate with the cathode section, for example by ion exchange membrane.

[0029] the current density at the time of membrane formation -- 0.1 – 10 A/dm<sup>2</sup> \*\* -- carrying out -- desirable -- further -- 0.2 – 5 A/dm<sup>2</sup> \*\* -- carrying out is desirable Current density is made into the above-mentioned range. Therefore, a good plating film can be obtained. On the other hand, if current density becomes small, a metaled deposit speed will fall, if current density becomes large, the grain size of the metal particles in a film will increase, there is an inclination for internal stress to also become high, and coercive force Hc declines. The alternating current combined use type performed to pulse electrolysis or the cathode dissolution besides a direct current is also possible.

[0030] As a solvent of a plating bath, a non-drainage system solvent, for example, methyl alcohol, a dimethylformamide, ethyl alcohol, propylene carbide, fused salt, etc. are [ other than usual water ] usable.

[0031] You may make one or more sorts of elements chosen from Cu, Cr, Sn, Rh, Pd, Mn, P, B, Zn, Sn, Pt, etc. contain in the form where some of Fe(s) and nickel are replaced, at the soft-magnetism thin film of this invention. A content is 3wt(s)% of the whole. Considering as the



following is desirable.

[0032] In addition, although minute amount content of C and the S may be carried out into a film, since these things have big influence on magnetic properties, cautions are needed. It is specifically [ both ] 1000 ppm. It is desirable that it is the following.

[0033] That what is necessary is just to determine suitably the thickness of the soft-magnetism thin film of this invention according to the purpose, especially a limit is usually 0.5–10 micrometers, in order to obtain low coercive force, although there is nothing. When considering as a grade is desirable and it applies to the thin film magnetic head, it is 0.5–4.5 micrometers. When applying to a grade and a thin film transformer, it is 3–7 micrometers. Considering as a grade is desirable.

[0034] Next, one example of the structure of the thin film magnetic head which used the soft-magnetism thin film explained above is explained.

[0035] In drawing 1 , a sign 1 is the thin film magnetic head, and this thin film magnetic head 1 is the so-called MIG type thin film magnetic head which has an insulating layer 3, the lower magnetic pole layer 4, the gap layer 5, an insulating layer 6, the coil layer 7, an insulating layer 8, the up magnetic pole layer 9, and a protective layer 10 one by one on a slider 2.

[0036] What is necessary is for ceramics, a ferrite, etc. just to constitute that what is necessary is just to use well-known various things conventionally as a component of a slider 2. In this case, ceramics especially the ceramics which make aluminum<sub>2</sub> O<sub>3</sub>-TiC a principal component, and ZrO<sub>2</sub> The ceramics which make a principal component the ceramics made into a principal component, the ceramics which make SiC a principal component, or AlN are suitable. in addition -- these -- as an additive -- Mg, Y, ZrO<sub>2</sub>, and TiO<sub>2</sub> etc. -- you may contain Terms and conditions, such as a configuration of a slider 7 and size, may be which well-known things, and are suitably chosen according to a use.

[0037] An insulating layer 3 is formed on a slider 2. a thing conventionally well-known as a material of an insulating layer 3 -- each -- usable -- for example, SiO<sub>2</sub>, glass, and aluminum 2O<sub>3</sub> etc. -- it can use The thickness and the pattern of an insulating layer 3 may be which a well-known thing, for example, thickness is 5–40 micrometers. It considers as a grade.

[0038] A magnetic pole is usually prepared like illustration as the lower magnetic pole layer 4 and an up magnetic pole layer 9. As for the above-mentioned up magnetic layer 9, it is desirable to consist of the 1st, the 2nd and the 3rd magnetic film 9-1, 9-2, and 9-3. It is desirable to use the soft-magnetism thin film of this invention in this invention as the 1st and the 3rd magnetic film 9-1 of the lower magnetic pole layer 4 and the up magnetic pole layer 9, and 9-3. The pattern of the lower magnetic pole layer 4 and the up magnetic pole layer 9, thickness, etc. may be which well-known things. For example, both magnetic pole layer thickness is 1–5 micrometers. What is necessary is just to consider as a grade. As the 2nd magnetic film 9-2 of the above-mentioned up magnetic layer 9, they are Bs(es), such as FeTaN, FeZrN, FeNbN, and FeN. 1.5T High Bs of a more than It is desirable to use soft magnetic materials.

[0039] The film of such an Fe-N system serves as structure which nitride particles, such as Ta, distributed uniformly to the microcrystal of alphaFe (alpha iron) with heat treatment although it was in the amorphous state at the time of membrane formation, and soft magnetic characteristics are improved. This annealing temperature usually has 400 to desirable 550 degrees C, and sufficient annealing effect is acquired above especially 500 degrees C.

[0040] If such annealing is performed, although the 1st magnetic film 9-1 of the lower magnetic layer 4 \*\*\*\*(ed) previously and the up magnetic layer 9 will also receive the heat by this annealing As described above, even if it receives such heat treatment in this invention, the 1st magnetic film 9-1 of the lower magnetic layer 4 and the up magnetic layer 9 The Hc is 1 Oe. Hereafter, mu maintains 1000 or more, and the good property has been maintained, consequently the thin film magnetic head of a high property can be obtained.

[0041] The gap layer 5 is formed between the lower magnetic pole layer 4 and the up magnetic pole layer 9. the gap layer 5 -- aluminum 2O<sub>3</sub> and SiO<sub>2</sub> etc. -- what is necessary is just to use well-known various material Moreover, the pattern of the gap layer 5, thickness, etc. may be which well-known things, for example, thickness is 0.2–1.0 micrometers. What is necessary is just to consider as a grade.

[0042] What is necessary is for there to be especially no limit in the quality of the material of the coil layer 7, and just to use metals usually used, such as aluminum and Cu, for it. What is necessary is for there to be no limit also about the winding pattern and winding density of a coil, and just to carry out selection use of the well-known thing suitably. For example, about a winding pattern, a laminating type besides the spiral type of illustration, a zigzag type, etc. may be any. Moreover, what is necessary is just to use the various gaseous-phase covering methods, the galvanizing methods, etc., such as a spatter, for formation of the coil layer 7. In the example of illustration, the coil layer 7 is arranged between the upper part and the lower magnetic pole layer 4, and 9 in the shape of a spiral as the so-called spiral type, and insulating layers 6 and 8 are \*\*\*\*(ed) between the coil layer 7, the upper part and the lower magnetic pole layer 4, and 9.

[0043] When each what are conventionally well-known is usable, for example, a spatter performs thin film production as a material of insulating layers 6 and 8, SiO<sub>2</sub>, glass, and aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grade can be used.

[0044] Moreover, a protective layer 10 is \*\*\*\*(ed) on the up magnetic pole layer 9. a thing conventionally well-known as a material of a protective layer 12 -- each -- usable -- for example, aluminum 2O<sub>3</sub> etc. -- it can use In this case, each what have a conventionally well-known pattern, conventionally well-known thickness, etc. of a protective layer 10 is usable, for example, thickness is 10–50 micrometers. What is necessary is just to consider as a grade.

[0045] In addition, in this invention, you may carry out the laminating of the various resin coat layers etc. further.

[0046] The manufacturing process of such the thin film magnetic head is usually performed by thin film production and pattern formation. What is necessary is just to use for thin film production of each class conventionally the well-known gaseous-phase covering method which is technology, for example, a vacuum deposition method, a spatter, or the galvanizing method, as described above. The selective etching or the selection deposition which is well-known technology can perform pattern formation of each class of the thin film magnetic head conventionally. What is necessary is just to use various kinds of wet etching and dry etching for etching.

[0047] The thin film magnetic head of this invention is used combining an assembly with a conventionally well-known arm etc.

[0048] In addition, high Bs The resist heat-treatment in the photo lithography process in the case of configuration processing of an insulating layer or a protective layer (about 350–450 degrees C) can be substituted for heat treatment (annealing) which is performed to a magnetic pole film and which was mentioned above. moreover, the case where a spatter performs formation of an insulating layer or a protective layer -- plasma and substrate heating -- a magnetic pole layer -- 350\*\*-, 520 degrees C, since a temperature up can be especially carried out even to the temperature of about 360–520 degrees C, this is also replaceable with the aforementioned heat treatment Even when the soft-magnetism thin film and soft-magnetism multilayer of this invention are heat-treated at temperature of this level, good soft magnetic characteristics are obtained.

[0049] The soft-magnetism thin film of this invention is [ other than the various above-mentioned magnetic heads ] applicable to various soft-magnetism parts, such as a thin film inductor, etc.

[0050]

[Example] Hereafter, the concrete example of this invention is shown and this invention is further explained to a detail.

On 110mm x10mmx0.1mm the glass of \*\* of examples, it is 500A about NiFe by the spatter. The substrate which formed membranes was used. It was immersed in 1N-hydrochloric acid (ordinary temperature) for 30 seconds as plating pretreatment, and after rinsing, the soft-magnetism thin film sample was formed on the following plating conditions.

[0051] The auxiliary cathode was formed in the circumference of the substrate under plating bath with the copper plate. The configuration of the whole cathode has the shape of a 3 inches disk, and used the TiPt board of the diameter of 4 inch for the anode plate. The cross section performed paddle stirring for stirring from cathode with the period of a between by /60 times in

the 2mm place using the triangular paddle. Plating liquid was considered as the following composition and the total amount could be about 7l.

[0052] A plating bath composition (inside of 1l.) nickel sulfate, and 6 monohydrate 80–350g ferrous sulfate and 7 monohydrate 4–200g boric acid 25g ammonium chloride 15g saccharin 2g surfactant Minute amount [0053] For pH of 2–4.0 degrees C and a plating bath, it considers as for 10 minutes and plating bath temperature is [ 2–3.5, and current density / 0.6 – 2 A/dm<sup>2</sup> and plating time ] 300 Oe. Electroplating is performed impressing a direct-current magnetic field, and it is 2 micrometers in thickness. The soft-magnetism thin film sample was obtained. In this case, the thing of various composition was obtained by changing the ratio of concentration of the metal ion under bath. Moreover, different composition was acquired with plating bath temperature, pH, current density temperature, etc. each sample -- 2kOe Impressing a magnetic field, at the vacuum-heat-treatment furnace, 300 degrees C, 400 degrees C, 450 degrees C, 500 degrees C, 600 degrees C, and temperature were changed, it came out, and annealing for 30 minutes was performed.

[0054] About each obtained sample, they are the coercive force H<sub>c</sub> after composition and heat treatment (Oe), and saturation magnetic flux density B<sub>s</sub>. (T) Mean-particle-diameter [ of the grain from permeability  $\mu$  and an X diffraction ] d (Å) And I (200)/I (111) was measured. In addition, in Table 1 and 2, "as" shows the sample in front of annealing, and "300", "360", "400", "450", and "500" show the annealing temperature of each sample, respectively.

[0055] The following performed measurement.

[0056] (Composition) It measured using X-ray fluorescence equipment and ICP.

[0057] (Coercive force H<sub>c</sub>) It measured in 60Hz with the alternating current B-H marker.

[0058] (Saturation magnetic flux density B<sub>s</sub>) It measured by VSM.

[0059] (( $\mu$ ) Permeability) They are 5MHz and 3mOe by the character coil magnetization method of 8. It measured.

[0060] (X diffraction) It asked for the intensity of the peak of each side using Cu-K alpha rays (50kV, 40mA).

[0061]

[Table 1]

表 1 (1-1)

Ni (wt%)	as Hc	as Bs	as $\mu$	as d	as I-III/I-200	as Hc	300 $\mu$	300 d	300 I-III/I-200	360 Hc	360 $\mu$	360 d	360 I-III/I-200	400 Hc	400 $\mu$
81.9	0.6	0.80	1826	95	0.19	1.0	1220	280	0.11	4.2	430	390	0.07	6.9	290
81.5	0.6	0.80	2138	96	0.19	0.8	2080	150	0.18	2.8	490	390	0.06	7.2	390
80.5	0.6	0.81	2092	83	0.2	0.7	2120	140	0.18	1.5	600	320	0.09	2.1	460
80.0	0.6	0.82	2078	92	0.21	0.7	2110	130	0.19	0.9	1350	180	0.16	1.0	1210
79.5	0.6	0.82	2016	78	0.22	0.6	2010	120	0.18	0.5	2000	155	0.19	0.5	1990
74.4	0.7	0.84	1353	72	0.2	0.7	1480	140	0.21	0.6	1550	145	0.19	0.6	1540
71.4	0.6	0.90	1870	65	0.2	0.6	1880	125	0.2	0.6	1910	162	0.2	0.7	1550
51.3	0.8	1.41	1129	65	0.19	0.8	1220	125	0.2	0.8	1280	155	0.19	0.9	1290
41.6	0.7	1.55	1100	96	0.18	0.7	1190	150	0.2	0.7	1220	178	0.2	0.8	1150
34.9	0.8	1.70	1080	88	0.19	0.8	1100	180	0.2	0.8	1100	185	0.18	0.8	1100
26.7	3.8	1.85	315	100	0.18	4.2	390	260	0.18	5.2	320	275	0.19	6.0	290

[0062]

[Table 2]

表 2 (1-2)

Ni (wt%)	400 d	400 I-111/I-200	450 Hc	450 $\mu$	450 d	450 I-111/I-200	500 Hc	500 $\mu$	500 d	500 I-111/I-200
81.9	408	0.06	9.3	210	520	0.03	7.8	160	490	0.06
81.5	420	0.06	9.6	260	590	0.04	8.6	240	460	0.02
80.5	390	0.05	5.1	320	590	0.09	5.5	290	420	0.03
80.0	210	0.16	1.2	1050	220	0.15	2.3	530	390	0.08
79.5	190	0.18	0.9	1520	240	0.2	1.0	1220	290	0.18
74.4	190	0.2	0.8	1430	159	0.17	0.9	1110	220	0.19
71.4	226	0.21	0.9	1440	240	0.18	1.0	1150	360	0.19
51.3	183	0.14	4.8	410	430	0.14	3.1	360	390	0.12
41.6	210	0.1	3.9	400	460	0.1	3.5	440	410	0.08
34.9	210	0.1	3.6	390	420	0.09	4.0	390	380	0.06
26.7	315	0.09	9.5	200	480	0.05	13.5	90	490	0.03

[0063] It is 30 whose content of nickel is [ in / a permalloy / so that clearly from Table 1 and Table 2 ] this invention range - 80wt%. It is 1 Oe, even if it solves, it exceeds 350 degrees C and it receives heat treatment of 400 degrees C or more. The following low coercive force is maintained. Moreover, 70wt(s)% which is the content of especially desirable nickel It is 80wt% above. It is 1Oe even if it receives heat treatment to about 520 degrees C in the following. The following low coercive force and 1000 or more quantities  $\mu$  were maintained.

[0064] The MIG type thin film magnetic head as shown in example 2 drawing 1 was produced as follows.

[0065] An ARUTIKKU (AITiC) substrate is used for a slider 2, and it is SiO<sub>2</sub> on this. An insulating layer 3 is formed by the spatter and it is 3 micrometers about an electroplating permalloy magnetic layer as a lower magnetic pole layer 4 at electroplating on it further. Membranes were formed.

[0066] Furthermore, a spatter is formed for an alumina film as a gap layer 5 on the lower magnetic pole layer 4 on it, and it is SiO<sub>2</sub> like the above again on this. The insulating layer 6 was formed.

[0067] A copper-sulfate plating bath is used for the coil layer 7 on this insulating layer 6, and membranes are formed with electroplating, and it is SiO<sub>2</sub>. The insulating layer 8 was formed in the spatter.

[0068] Subsequently, 0.5 micrometers A permalloy is formed with electroplating as the 1st magnetic film 9-1 of the up magnetic pole layer 9, and it is [0069]. Besides, it is 1.0 micrometers. Membranes were formed in the spatter by making a FeTaN film (Bs =1.6T) into the 2nd magnetic film 9-2.

[0070] It annealed on condition that the following and the magnetic properties of a FeTaN film have been improved.

[0071] Subsequently, it is 2.5 micrometers about the 3rd magnetic film 9-3 of a permalloy at electroplating. Membranes were formed, the protective layer 10 was formed with the alumina by the spatter on this, and the sample of an example and the example of comparison was obtained.

[0072]

Example 2 For electroplating composition 78.5wt% nickel [ of a layer and a film 4, 9-1 and 9-3 ], and annealing 450degree C, and 30 minutes.

Example 1 of comparison For electroplating composition 81.5wt% nickel [ of a layer and a film 4,

9-1, and 9-3 ], and annealing 450degree C, and 30 minutes.

Example 2 of comparison For electroplating composition 81.5wt% nickel [ of a layer and a film 4, 9-1, and 9-3 ], and annealing 300degree C, and 30 minutes.

[0073] The above sample is used and it is  $H_c=2300$  Oe. Record reproduction was carried out at the magnetic medium, and over-writing (OW) and the S/N property were evaluated. The following of the result is carried out.

[0074]

	OW	S/N
実施例 2	- 3 5 dB	3 5 dB
比較例 1	- 3 3 dB	2 5 dB
比較例 2	- 2 8 dB	2 3 dB

[0075] It turns out that OW and S/N are excellent in the example of this invention. Especially, improvement in S/N was remarkable.

[0076] In addition, since the 3rd magnetic film of the up magnetic layer 9 does not have an annealing process, it is possible also at 81.5wt% nickel composition.

[0077]

[Effect of the Invention] According to this invention, the soft-magnetism thin film of Quantity  $\mu$  is obtained by low  $H_c$  also after heat treatment.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the cross section showing the example of lamination of the thin film magnetic head using the soft-magnetism thin film of this invention.

1 Thin Film Magnetic Head

2 Slider

3 Insulating Layer

4 Lower Magnetic Layer

5 Gap Layer

6 Insulating Layer

7 Coil Layer

8 Insulating Layer

9 Up Magnetic Layer

10 Protective Layer

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-236349

(43) 公開日 平成8年(1996)9月13日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 10/14			H 0 1 F 10/14	
G 1 1 B 5/127			G 1 1 B 5/127	K
5/23		7303-5D	5/23	K

審査請求 未請求 請求項の数7 FD (全9頁)

(21) 出願番号 特願平7-63351

(22) 出願日 平成7年(1995)2月27日

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 篠浦 治

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72) 発明者 中川 善朗

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

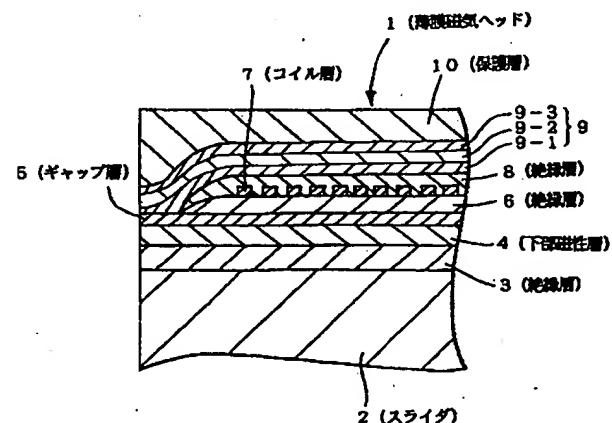
(74) 代理人 弁理士 石井 陽一

(54) 【発明の名称】 軟磁性薄膜およびそれを用いた薄膜磁気デバイス

(57) 【要約】

【目的】 高温熱処理後も低い保磁力、特に1 0e 以下という優れた軟磁気特性を実現することができる軟磁性薄膜、およびこの軟磁性薄膜を備える薄膜磁気デバイスを提供する。

【構成】 Ni-Fe合金で、成膜後の保磁力が1 0e 以下の軟磁性材料で形成された軟磁性薄膜において、Niの含有率を30～80wt%に設定すると、成膜後に350℃を超える温度での熱処理を受けた後も保磁力が1 0e 以下を維持する。





## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Ni-Fe合金で、成膜後の保磁力が10e以下の軟磁性材料で形成された軟磁性薄膜において、Niの含有率を30～80wt%に設定し、成膜後に350℃を超える温度での熱処理を受けた後の保磁力が10e以下を維持する軟磁性薄膜。

【請求項2】 Niの含有率を70wt%以上、80wt%未満に設定し、成膜後に350超～520℃の熱処理を受けた後の保磁力が10e以下を維持する請求項1の軟磁性薄膜。

【請求項3】 熱処理を受けた後の透磁率 $\mu$ が1000以上を維持する請求項1または2の軟磁性薄膜。

【請求項4】 面心立方晶相を主として含み、X線回折における(200)面のピーク強度、面心立方晶(111)面のピーク強度をそれぞれI(200)、I(111)としたとき、

$$0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$$

である請求項1ないし3のいずれかの軟磁性薄膜。

【請求項5】 熱処理を受けた後のグレインの平均粒径{X線回折の(111)回折線の2 $\theta$ の半値幅から求めたもの}が、120～370Åである請求項1ないし4のいずれかの軟磁性薄膜。

【請求項6】 電気めっき法により形成された請求項1ないし5のいずれかの軟磁性薄膜。

【請求項7】 請求項1ないし6のいずれかの軟磁性薄膜を備え、製造工程において、少なくとも1度、350℃を超える温度での熱処理を受けた薄膜磁気デバイス。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、軟磁性薄膜、およびそれをを用いた薄膜磁気デバイスに関する。

## 【0002】

【従来の技術】薄膜磁気ヘッドや薄膜トランスの磁性薄膜には、低保磁力、高飽和磁束密度等の優れた軟磁気特性が要求される。

【0003】これらの磁性薄膜は、スパッタ法等の気相成膜法やめっき法等の液相成膜法により形成されるのが一般的であるが、めっき法、特に電気めっき法は、大面積の成膜が容易で、しかも均一性の高い膜が得られ、また、工程数が少なく設備が安価であるという利点がある。

【0004】このようなことから電着パーマロイ(Ni-Fe合金)膜が薄膜ヘッド磁極材料として現在広く使用されている。

【0005】パーマロイはNiFe合金の軟磁性材料の総称でありJIS規格ではPC(77-81%Ni-Fe)、PB(40-50%Ni-Fe)、PE(50%Ni-Fe)、PD(36%Ni-Fe)等の広い組成でそれぞれ特徴ある材料が知られている。またインバーとして知られる低熱膨張率36%Ni-Fe合金もあ

る。

【0006】薄膜磁気ヘッドや薄膜トランスの軟磁性薄膜として電着法によるパーマロイ薄膜が広く検討されている。このパーマロイ電着膜は約80%Ni-Fe合金膜である。電着法によるパーマロイ薄膜はバルク材とは異なり成膜したままで、すなわち特別な熱処理を施すことなく優れた軟磁気特性を有する。しかしながら耐熱性が悪く350℃以上の熱が加わることで軟磁気特性が失われてしまうことが広く知られていた。

10 【0007】例えばIEEE Trans. Magn. Vol. 27, No. 6, page4452(1991)における電着パーマロイの熱処理による影響を述べた論文ではパーマロイの代表(Nominally)として82wt%Ni-18wt%Fe合金膜を揚げ、その結果を論じている。この場合には400℃以上で保磁力が50eに急激に劣化することが報告されている。

【0008】また、J. Electronic Materials, Vol. 2, No. 2, page161(1973)では、論文巻頭のアブストラクトやイントロダクションによれば軟磁気特性を有するパーマロイ電着膜として80wt%Ni-20wt%Fe合金膜について熱処理による影響を上記文献と同様に検討したとされている。しかし詳細な内容を記した本文では実験に用いられたパーマロイ合金膜の真の組成は82wt%Ni-18wt%Feであるとしている。そして350℃以上の熱処理で、やはり急激に保磁力が劣化することが報告されている。すなわち、パーマロイ電着膜の組成による耐熱性の違いについては全く知られておらず、80wt%Ni-20wt%Fe合金膜と82wt%Ni-18wt%Fe合金膜の違いは無く、電着法によるパーマロイ膜は高温の熱処理により保磁力は劣化すると考えられていたことがわかる。しかし、本発明に至る実験において、80wt%Ni-20wt%Feの合金膜の場合には、400℃程度までは耐熱性があることが判明した。

【0009】より広い範囲のNi-Fe合金電着膜について日本金属学会春期講演大会概要(1993)、81ページにパーマロイ組成と30wt%-Ni組成で保磁力が低いとの報告がある。しかしその保磁力は10e以上で特に優れた軟磁性膜には該当しない。

【0010】また日本応用磁気学会誌Vol. 18, page277(1994)にはCoNiFe合金電着膜の広範囲組成の成膜直後の保磁力と400℃アニール後の保磁力が開示されている。NiFe合金付近の合金薄膜の挙動を見ると400℃以上では10e以上となっている。

【0011】すなわちNi-Fe合金軟磁性電着膜の組成による耐熱特性については全く知られておらず、パーマロイ電着軟磁性薄膜と同様に350℃を超える温度での熱処理を受けると軟磁気特性は得られないものとされてきた。

## 【0012】

【発明が解決しようとする課題】軟磁性薄膜に要求される最重要特性はもちろん低い保磁力であるが、薄膜磁

3

気デバイスとしての実際の応用では耐熱特性が重要となる。すなわち他の材料との積層であり、他の材料の特性を得るために高温で処理が不可欠となる。例えば絶縁層として熱硬化フォトリソストを用いるには300℃から400℃でのアニールが必要である。また真空成膜による軟磁性薄膜との複合では成膜時に400℃以上の基板加熱を行わなければならないことも多い。しかし電着法によるパーマロイ薄膜は耐熱性が低いとされてきたために通常は300℃以下の熱履歴となるようなプロセスにのみ使用されていた。しかしより高機能磁気デバイスのためにはより耐熱性の優れた軟磁性電着膜が要求されている。

【0013】そこで、本発明は、高温熱処理後も低い保磁力、特に10e以下という優れた軟磁気特性を実現することができる軟磁性薄膜、およびこの軟磁性薄膜を備える薄膜磁気デバイスを提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(7)の構成によって達成される。

(1) Ni-Fe合金で、成膜後の保磁力が10e以下の軟磁性材料で形成された軟磁性薄膜において、Niの含有率を30～80wt%に設定し、成膜後に350℃を超える温度での熱処理を受けた後の保磁力が10e以下を維持する軟磁性薄膜。

(2) Niの含有率を70wt%以上、80wt%未満に設定し、成膜後に350超～520℃の熱処理を受けた後の保磁力が10e以下を維持する上記(1)の軟磁性薄膜。

(3) 熱処理を受けた後の透磁率 $\mu$ が1000以上を維持する上記(1)または(2)の軟磁性薄膜。

(4) 面心立方晶相を主として含み、X線回折における(200)面のピーク強度、面心立方晶(111)面のピーク強度をそれぞれI(200)、I(111)としたとき、

$$0.15 \leq I(200) / I(111) \leq 0.3$$

である上記(1)ないし(3)のいずれかの軟磁性薄膜。

(5) 熱処理を受けた後のグレインの平均粒径{X線回折の(111)回折線の2 $\theta$ の半値幅から求めたもの}が、120～370Åである上記(1)ないし(4)のいずれかの軟磁性薄膜。

(6) 電気めっき法により形成された上記(1)ないし(5)のいずれかの軟磁性薄膜。

(7) 上記(1)ないし(6)のいずれかの軟磁性薄膜を備え、製造工程において、少なくとも1度、350℃を超える温度での熱処理を受けた薄膜磁気デバイス。

【0015】

【作用・効果】本発明においては、上記したようにNi含有率が30～80wt%、特に70wt%以上、80wt%未満のNi-Fe合金で軟磁性薄膜を構成したので、3

4

50℃を超える高温の熱処理に対しても、磁気特性が劣化せず、10e以下の低い保磁力Hcを維持するとともに、1000以上の透磁率 $\mu$ を維持する。

【0016】したがって、従来は不可能であった、軟磁性薄膜の成膜後に、必然的に350℃を超える熱処理を受けるMIG(メタル・イン・ギャップ)型の薄膜磁気ヘッドやポリイミド系絶縁膜を使用する薄膜磁気トランス等の軟磁性薄膜として用いることができる。

【0017】

【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細に説明する。本発明の軟磁性薄膜は、Ni-Fe合金すなわちパーマロイで形成されている。この軟磁性薄膜は、一般に面心立方晶(fcc)相の単相である。

【0018】本発明の軟磁性薄膜は、Ni含有量が30～80wt%、特に70wt%以上、80wt%未満、特に79.9wt%以下であることが好ましい。Ni含有量が、上記の範囲にあるとき、350℃を超える高温で熱処理を受けても、10e以下の保磁力(Hc)を維持できるからである。本発明では、成膜直後に0.3～10e、特に0.3～0.60e、熱処理後に0.3～10e、特に0.3～0.60eのHcをもつ。なお、Hcは通常60Hzでの値である。

【0019】また、本発明の軟磁性薄膜は、薄膜磁気デバイスに用いたとき、高再生出力や高変換効率を得ることができるように上記熱処理を受けた後の1MHzでの透磁率 $\mu$ が1000以上、一般に1000～5000であることが好ましい。

【0020】本発明の軟磁性薄膜においては、熱処理前のグレインの平均粒径が80～100Å程度で、熱処理後のグレインの平均粒径が120～370Å程度であることが好ましい。なお、この平均粒径は、X線回折(XD)の(111)回折線の2 $\theta$ の半値幅(FWHM: Full width at half maximum)に基づいて求めた値である。この値は透過電子顕微鏡等による直接観察とは異なる値を示すことがある。たとえばNi組成81.9%の合金薄膜の成膜時の粒径はXD法では95Åで、透過電子顕微鏡観察では60Å程度とほぼ一致しているが、この試料の400℃アニール後ではXD法での408Åに対して透過電子顕微鏡観察では3500Åである。しかし透過電子顕微鏡観察では非常に時間のかかる作業であり、多くの試料の粒径を求めるのは実用的ではない。このため本発明では粒径としてXD法による推定値を用いた。熱処理後の平均粒径が上記の値を超えると、保磁力(Hc)が増大し、透磁率 $\mu$ が減少する傾向がある。また、小さすぎると、BsやHcが劣化する傾向がある。

【0021】本発明の軟磁性薄膜がfcc相の単相からなる場合、X線回折チャートにおけるfcc(200)面のピーク強度およびfcc(111)面のピーク強度をそれぞれI(200)およびI(111)としたとき、

50

5

$0.15 \leq I(200)/I(111) \leq 0.3$

であることが好ましい。 $I(200)/I(111) < 0.15$ であると、保磁力が大きくなってしまふ。この値が0.3を超えると、結晶磁気異方性が変化して保磁力が劣化することがある。

【0022】本発明の軟磁性薄膜の飽和磁束密度( $B_s$ )は、0.8~1.8T程度であることが好ましい。この $B_s$ は、VSMで測定した値である。なお、本発明の発明者らの実験によれば、この飽和磁束密度( $B_s$ )は、熱処理の前後で変化がなかった。

【0023】従って、本発明の軟磁性薄膜は、薄膜ヘッドや薄膜トランス用の磁性薄膜として極めて有用である。特に、MIG型磁気ヘッドのオーバーライト特性の向上効果等の効果が期待できる。

【0024】本発明の軟磁性薄膜は、ワット浴系、塩化浴系、スルファミン浴系、硫酸浴系等の電気めっき法により作製することが好ましい。このとき用いるめっき浴にはFeイオン、Niイオンが含有される。めっき浴中におけるFeイオンおよびNiイオンの濃度は目的とする膜組成等に応じ適宜選択すればよく、通常、Feイオン、Niイオンの濃度は、いずれも、各々0.01モル/リットル~溶解限度までとすることが好ましい。各金属イオンの濃度が低くなると、金属の析出速度が低下しやすく、実用的でない。Fe、Niの各イオンの供給源は、硫酸塩、スルファミン酸塩、酢酸塩、硝酸塩等の水溶性の塩から選択することが好ましく、安価であることから特に硫酸塩を用いることが好ましい。また、Feイオンは、金属をめっき浴中に浸漬して自然溶解させたり、電解により陽極を溶解させることにより供給することもできる。

【0025】めっき浴のpHは2~10、特に2~4とすることが好ましく、浴温度は10~80℃、特に20~45℃とすることが好ましい。めっき浴のpHおよび温度を上記範囲とすることにより、良好なめっき膜を得ることができる。これに対し、pHが低くなると金属の析出速度が低下し、pHが高くなるとアンモニアガスの発生等により作業環境が悪くなる。また、浴温度が低くなると金属の析出速度が低下し、浴温度が高くなると浴の安定性が得られない。

【0026】めっき浴中には、有機光沢剤を含有させてもよい。有機光沢剤としてはサッカリンが好ましい。添加量は0.5グラム/リットル以上とすれば十分であるが、使用中の消耗等を考慮して1~6グラム/リットルとすることが好ましい。めっき浴中には、この他、ラウリル硫酸ナトリウム等の界面活性剤、ホウ酸、塩化アンモニウム等の通常の電気めっき浴に添加する成分を適宜含有させてもよい。また、適宜、安定化剤として有機酸イオン、還元剤、キレート剤等を添加してもよい。なお、一般の条件では3価のFeイオンは沈澱を生じ好ましくないが、クエン酸、酒石酸等の安定剤ないしキレー

6

ト剤(錯体形成剤)を添加した場合は沈澱を生じないばかりでなく、Hc低下に効果があるため、むしろ3価のFeイオンを浴中に存在させる方が好ましい。

【0027】なお、連続フィルタリングによりめっき浴中の微粒子や水酸化物を取り除いてもよい。

【0028】陽極は、微粒子除去の観点からは不溶性のTiPt、フェライト電極が好ましい。しかし、陽極において酸化反応が起こるので、例えばイオン交換膜により陰極部と分離することが望ましい。

10 【0029】成膜時の電流密度は、0.1~10A/dm<sup>2</sup>とすることが好ましく、さらに0.2~5A/dm<sup>2</sup>とすることが好ましい。電流密度を上記範囲とすることによって、良好なめっき膜を得ることができる。これに対し、電流密度が小さくなると金属の析出速度が低下し、電流密度が大きくなると膜中の金属粒子の粒子サイズが増大し、内部応力も高くなる傾向があり、保磁力Hcが低下する。直流以外にもパルス電解や陰極溶解まで行なう交流併用型も可能である。

20 【0030】めっき浴の溶媒としては、通常の水の他に非水系溶媒、例えばメチルアルコール、ジメチルホルムアミド、エチルアルコール、プロピレンカーバイド、溶融塩等も使用可能である。

【0031】本発明の軟磁性薄膜では、Fe、Niの一部を置換する形で、Cu、Cr、Sn、Rh、Pd、Mn、P、B、Zn、Sn、Pt等から選択された1種以上の元素を含有させてもよい。含有量は全体の3wt%以下とすることが好ましい。

30 【0032】なお、膜中にはC、Sが微量含有されることがあるが、これらのものは磁気特性に大きな影響を与えるので注意が必要となる。具体的には共に1000ppm以下であることが望ましい。

【0033】本発明の軟磁性薄膜の厚さは、目的に応じて適宜決定すればよく、特に制限はないが、低い保磁力を得るためには、通常、0.5~10μm程度とすることが好ましく、また、薄膜磁気ヘッドに適用する場合は0.5~4.5μm程度、薄膜トランスに適用する場合は3~7μm程度とすることが好ましい。

【0034】次に、以上説明した軟磁性薄膜を使用した薄膜磁気ヘッドの構造の1例について説明する。

40 【0035】図1において、符号1は薄膜磁気ヘッドで、この薄膜磁気ヘッド1は、スライダ2上に、絶縁層3、下部磁極層4、ギャップ層5、絶縁層6、コイル層7、絶縁層8、上部磁極層9および保護層10を順次有するいわゆるMIG型薄膜磁気ヘッドである。

【0036】スライダ2の構成材料としては、従来公知の種々のものを用いればよく、例えばセラミックス、フェライト等により構成すればよい。この場合、セラミックス、特にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiCを主成分とするセラミックス、ZrO<sub>2</sub>を主成分とするセラミックス、SiCを主成分とするセラミックスまたはAlNを主成分とする

7

セラミックスが好適である。なお、これらには、添加物としてMg、Y、ZrO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>等が含有されていてもよい。スライダ7の形状やサイズ等の諸条件は公知の何れのものであってもよく、用途に応じ適宜選択される。

【0037】スライダ2上には、絶縁層3が形成される。絶縁層3の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、SiO<sub>2</sub>、ガラス、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等を用いることができる。絶縁層3の膜厚やパターンは公知の何れのものであってもよく、例えば膜厚は、5～40μm程度とする。

【0038】磁極は、通常、図示のように、下部磁極層4と上部磁極層9として設けられる。上記上部磁性層9は、第1、第2および第3磁性膜9-1、9-2、9-3から構成されていることが好ましい。本発明では、下部磁極層4および上部磁極層9の第1と第3の磁性膜9-1、9-3として、本発明の軟磁性薄膜を用いることが好ましい。下部磁極層4および上部磁極層9のパターン、膜厚等は公知のいずれのものであってもよい。例えば両磁極層の厚さは1～5μm程度とすればよい。上記上部磁性層9の第2磁性膜9-2としては、FeTaN、FeZrN、FeNbN、FeN等のBsが1.5T以上の高Bs軟磁性材料を用いることが好ましい。

【0039】このようなFe-N系の膜は成膜時にはアモルファス状態であるが熱処理によりαFe（アルファ鉄）の微結晶にTa等の窒化物微粒子が均一に分散した構造となり軟磁気特性が改善される。このアニール温度は、通常、400℃から550℃が好ましく、特に500℃以上で十分なアニール効果が得られる。

【0040】このような、アニールを行うと、先に設けられた下部磁性層4および上部磁性層9の第1磁性膜9-1もこのアニールによる熱を受けてしまうが、上記したように、本発明においては、このような熱処理を受けても、下部磁性層4および上部磁性層9の第1磁性膜9-1は、そのHcが10e以下、μが1000以上を維持し、良好な特性を保ったままであり、その結果、高特性の薄膜磁気ヘッドを得ることができる。

【0041】下部磁極層4および上部磁極層9の間にはギャップ層5が形成される。ギャップ層5には、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>等公知の種々の材料を用いればよい。また、ギャップ層5のパターン、膜厚等は公知の何れのものであってもよく、例えば、膜厚は0.2～1.0μm程度とすればよい。

【0042】コイル層7の材質には特に制限はなく、通常用いられるAl、Cu等の金属を用いればよい。コイルの巻回パターンや巻回密度についても制限はなく、公知のものを適宜選択使用すればよい。例えば巻回パターンについては、図示のスパイラル型の他、積層型、ジグザグ型等何れであってよい。また、コイル層7の形成にはスパッタ法等の各種気相被着法やめっき法等を用い

8

ればよい。図示例ではコイル層7は、いわゆるスパイラル型としてスパイラル状に上部および下部磁極層4、9間に配設されており、コイル層7と上部および下部磁極層4、9間には絶縁層6、8が設けられている。

【0043】絶縁層6、8の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えば、薄膜作製をスパッタ法により行なうときには、SiO<sub>2</sub>、ガラス、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等を用いることができる。

【0044】また、上部磁極層9上には保護層10が設けられる。保護層12の材料としては従来公知のものは何れも使用可能であり、例えばAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等を用いることができる。この場合、保護層10のパターンや膜厚等は従来公知のものはいずれも使用可能であり、例えば膜厚は10～50μm程度とすればよい。

【0045】なお、本発明ではさらに各種樹脂コート層等を積層してもよい。

【0046】このような薄膜磁気ヘッドの製造工程は、通常、薄膜作製とパターン形成とによって行なわれる。各層の薄膜作製には、上記したように、従来公知の技術である気相被着法、例えば真空蒸着法、スパッタ法、あるいはめっき法等を用いればよい。薄膜磁気ヘッドの各層のパターン形成は、従来公知の技術である選択エッチングあるいは選択デポジションにより行なうことができる。エッチングには、各種のウエットエッチングやドライエッチングを利用すればよい。

【0047】本発明の薄膜磁気ヘッドは、アーム等の従来公知のアセンブリーと組み合わせて使用される。

【0048】なお、高Bs磁極膜に施される前述した熱処理（アニール）は、絶縁層や保護層の形状加工の際のフォトリソグラフィ工程中のレジスト加熱処理（350～450℃程度）で代用することができる。また、絶縁層や保護層の形成をスパッタ法により行なう場合、プラズマや基板加熱により磁極層を350超～520℃、特に360～520℃程度の温度にまで昇温できるので、これを前記熱処理に代えることもできる。本発明の軟磁性薄膜および軟磁性多層膜は、この程度の温度で熱処理した場合でも、良好な軟磁気特性が得られる。

【0049】本発明の軟磁性薄膜は、上記した各種磁気ヘッドのほかにも、薄膜インダクタ等の各種軟磁性部品等に適用することができる。

【0050】

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明をさらに詳細に説明する。

実施例1

10mm×10mm×0.1mm厚のガラス上に、スパッタ法によりNiFeを500Å成膜した基板を使用した。めっき前処理として1N-塩酸（常温）に30秒浸漬し、水洗した後、以下のめっき条件にて軟磁性薄膜サンプルを成膜した。

【0051】めっき浴中の基板の周囲には銅板で補助力

ソードを設けた。陰極全体の形状は3インチの円盤状であり、陽極には4インチ径のT i P t板を使用した。攪拌には断面が三角形のパドルを用い、60回/分間の周期で陰極から2mmの場所でパドル攪拌を行なった。めっき液は下記組成とし、その総量は約7リットルとした。

【0052】めっき浴組成 (1リットル中)

硫酸ニッケル・6水塩	80~350g
硫酸第一鉄・7水塩	4~200g
ホウ酸	25g
塩化アンモニウム	15g
サッカリン	2g
界面活性剤	微量

【0053】めっき浴温度は20~40℃、めっき浴のpHは2~3.5、電流密度は0.6~2A/dm<sup>2</sup>、めっき時間は10分間とし、3000eの直流磁界を印加しながら電気めっきを行ない、厚さ2μmの軟磁性薄膜サンプルを得た。この場合、浴中の金属イオンの濃度比を変化させることにより種々の組成のものを得た。まためっき浴温度、pH、電流密度温度等によっても、異なる組成が得られた。各サンプルについて、2k0eの磁場を印加しながら真空熱処理炉にて300℃、400℃、450℃、500℃、600℃と温度を変え、で30分間

のアニールを行なった。

【0054】得られた各サンプルについて、組成、熱処理後の保磁力Hc (0e)、飽和磁束密度Bs (T)、透磁率μ、X線回折からのグレインの平均粒径d (Å) およびI (200)/I (111)を測定した。なお、表1および表2において、「as」はアニール前のサンプルを、「300」、「360」、「400」、「450」および「500」は、各サンプルのアニール温度をそれぞれ示す。

10 【0055】測定は下記により行った。

【0056】(組成) 蛍光X線分析装置、ICPを用いて測定した。

【0057】(保磁力Hc) 交流B-Hトレーサーにより60Hzにて測定した。

【0058】(飽和磁束密度Bs) VSMにより測定した。

【0059】(透磁率μ) 8の字コイル法により5MHz、3m0eにて測定した。

20 【0060】(X線回折) Cu-Kα線 (50kV, 40mA) を用い、各面のピークの強度を求めた。

【0061】

【表1】

11

Nl (wt%)	as Hc	as Bs	as $\mu$	as d	I-111/I-200	Hc	300 $\mu$	300 d	I-111/I-200	Hc	360 $\mu$	360 d	I-111/I-200	Hc	400 $\mu$
81.9	0.6	0.80	1826	95	0.19	1.0	1220	280	0.11	4.2	430	390	0.07	6.9	290
81.5	0.6	0.80	2138	96	0.19	0.8	2080	150	0.18	2.8	490	390	0.06	7.2	390
80.5	0.6	0.81	2092	83	0.2	0.7	2120	140	0.18	1.5	500	320	0.09	2.1	460
80.0	0.6	0.82	2078	92	0.21	0.7	2110	130	0.19	0.9	1350	180	0.16	1.0	1210
79.5	0.6	0.82	2016	78	0.22	0.6	2010	120	0.18	0.5	2000	155	0.19	0.5	1990
74.4	0.7	0.84	1353	72	0.2	0.7	1480	140	0.21	0.6	1550	145	0.19	0.6	1540
71.4	0.6	0.90	1870	65	0.2	0.6	1880	125	0.2	0.6	1910	162	0.2	0.7	1550
51.3	0.8	1.41	1129	65	0.19	0.8	1220	125	0.2	0.8	1280	155	0.19	0.9	1290
41.6	0.7	1.55	1100	96	0.18	0.7	1190	150	0.2	0.7	1220	178	0.2	0.8	1150
34.9	0.8	1.70	1080	88	0.19	0.8	1100	180	0.2	0.8	1100	185	0.18	0.8	1100
26.7	3.8	1.85	315	100	0.18	4.2	390	260	0.18	5.2	320	275	0.19	6.0	290

12

表 2 (1-2)

Ni (wt%)	400 d	400 I-111/I-200	450 Hc	450 $\mu$	450 d	450 I-111/I-200	500 Hc	500 $\mu$	500 d	500 I-111/I-200
81.9	408	0.06	9.3	210	520	0.03	7.8	160	490	0.06
81.5	420	0.06	9.6	260	590	0.04	8.6	240	460	0.02
80.5	390	0.05	5.1	320	590	0.09	5.5	290	420	0.03
80.0	210	0.16	1.2	1050	220	0.15	2.3	530	390	0.08
79.5	190	0.18	0.9	1520	240	0.2	1.0	1220	290	0.18
74.4	190	0.2	0.8	1430	159	0.17	0.9	1110	220	0.19
71.4	226	0.21	0.9	1440	240	0.18	1.0	1150	360	0.19
51.3	183	0.14	4.8	410	430	0.14	3.1	360	390	0.12
41.6	210	0.1	3.9	400	460	0.1	3.5	440	410	0.08
34.9	210	0.1	3.6	390	420	0.09	4.0	390	380	0.06
26.7	315	0.09	9.5	200	480	0.05	13.5	90	490	0.03

【0063】表1、表2から明瞭のように、パーマロイにおいて、Niの含有量は本発明範囲である30～80wt%のとき、350℃を超え、400℃以上の熱処理を受けても、10e以下の低保磁力を維持する。また、特に好ましいNiの含有量である70wt%以上、80wt%未満では、520℃程度までの熱処理を受けても、10e以下の低保磁力や、1000以上の高 $\mu$ を保った。

#### 【0064】実施例2

図1に示すようなMIG型薄膜磁気ヘッドを次のように30して作製した。

【0065】スライダ2にはアルティック(AlTiC)基板を用い、この上にSiO<sub>2</sub>の絶縁層3をスパッタで形成し、さらにその上に、電気めっきにて下部磁極層4として電気めっきパーマロイ磁性層を3 $\mu$ m成膜した。

【0066】さらにその上に下部磁極層4上に、ギャップ層5としてアルミナ膜をスパッタにより成膜し、この上に再び上記と同様にSiO<sub>2</sub>で絶縁層6を形成した。

【0067】この絶縁層6上にコイル層7を硫酸銅めっき浴を用い電気めっき法にて成膜し、またSiO<sub>2</sub>絶縁層8をスパッタ法にて成膜した。

【0068】次いで、0.5 $\mu$ mのパーマロイを電気めっき法にて上部磁極層9の第1の磁性膜9-1として成膜し、

【0069】この上に、1.0 $\mu$ mのFeTa<sub>2</sub>N膜(B<sub>s</sub>=1.6T)を第2磁性膜9-2としてスパッタ法にて成膜した。

【0070】下記の条件でアニールしFeTa<sub>2</sub>N膜の磁40

気特性を改善した。

【0071】次いで、電気めっきにてパーマロイ第3磁性膜9-3を2.5 $\mu$ m成膜し、この上に、保護層10をスパッタ法によるアルミナで形成し、実施例および比較例のサンプルを得た。

#### 【0072】

実施例2 層および膜4、9-1、9-3の電気めっき組成78.5wt% Ni、アニール450℃、30分間。

比較例1 層および膜4、9-1、9-3の電気めっき組成81.5wt% Ni、アニール450℃、30分間。

比較例2 層および膜4、9-1、9-3の電気めっき組成81.5wt% Ni、アニール300℃、30分間。

【0073】以上のサンプルを用いて、H<sub>c</sub>=23000eの磁気媒体に記録再生しオーバーライト(OW)、S/N特性を評価した。結果を下記する。

#### 【0074】

	OW	S/N
実施例2	-35dB	35dB
比較例1	-33dB	25dB
比較例2	-28dB	23dB

【0075】OW、S/Nともに本発明の実施例が優れていることがわかる。特に、S/Nの向上が顕著であった。

【0076】なお、上部磁性層9の第3磁性膜はアニール工程が無いので81.5wt% Ni組成でも可能である。

#### 【0077】

【発明の効果】本発明によれば、熱処理後でも低H<sub>c</sub>で高 $\mu$ の軟磁性薄膜が得られる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の軟磁性薄膜を用いた薄膜磁気ヘッドの層構成例を示す断面図である。

- 1 薄膜磁気ヘッド
- 2 スライダ
- 3 絶縁層
- 4 下部磁性層

- 5 ギャップ層
- 6 絶縁層
- 7 コイル層
- 8 絶縁層
- 9 上部磁性層
- 10 保護層

【図1】

